
**BULLETIN OF NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES
OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN**

ISSN 1991-3494

Volume 5, Number 363 (2016), 93 – 100

**S. Baimakhanova, A. O. Baikonurova, G. A. Ussoltseva,
S. S. Konyratbekova, B. Khavalkairat**Kazakh National Research Technical University after K. I. Satpaev, Almaty, Kazakhstan.
E-mail: baymahanova@mail.ru; nota-vesna@yandex.kz**INFLUENCE OF GRINDING EXTENT
OF NICKEL-CONTAINING ORE RAW MATERIALS
ON EXTRACTION OF METALS AT HYDROCHLORIC ACID LEACHING**

Abstract. This paper presents the characteristics of ore raw materials with the application of modern methods of physical and chemical analysis, technological features of pre-treatment of raw materials in the process of nickel leaching and the choice of the optimum degree of grinding the ore for a hydrochloric acid leaching of specified raw material.

Keywords: oxidized nickel-containing ore, ore preparation, size class, leaching, solvent.

УДК 669.2.02.09

**С. Баймаханова, А. О. Байконурова, Г. А. Усольцева,
С. С. Кобыратбекова, Б. Хавалкайрат**Казахский национальный исследовательский технический университет им. К. И. Сатпаева,
Алматы, Казахстан**ВЛИЯНИЕ СТЕПЕНИ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ НИКЕЛЬСОДЕРЖАЩЕГО
РУДНОГО СЫРЬЯ НА ИЗВЛЕЧЕНИЕ МЕТАЛЛОВ
ПРИ СОЛЯНОКИСЛОМ ВЫЩЕЛАЧИВАНИИ**

Аннотация. Представлены характеристика рудного сырья с применением современных методов физико-химического анализа, технологические особенности предварительной подготовки сырья к процессу выщелачивания никеля и выбор оптимальной степени измельчения руды для солянокислого выщелачивания указанного сырья.

Ключевые слова: окисленная никельсодержащая руда, рудоподготовка, класс крупности, выщелачивание, растворитель.

Введение. Никельсодержащее сырье в Казахстане в основном представлено бедными окисленными рудами (например, Кемпирсайское месторождение) и железосодержащими рудами и концентратами (месторождения Соколовское и Сарбайское). Невысокое содержание никеля в рудных материалах, сложность минералогического состава, взаимное прорастание минералов требует особой подготовки рудного сырья для его металлургической переработки.

Учитывая высокую потребность мировых рынков в никеле, а также запасов сырья в Казахстане, изучение условий подготовки никельсодержащих руд к металлургической переработке является актуальной задачей.

Для переработки никельсодержащего сырья используют как пирометаллургические методы. Но ввиду низкого качества казахстанского никельсодержащего сырья пирометаллургические методы, как правило, являются непригодными к переработке казахстанских руд. Поэтому все чаще обращаются к комбинированным и гидрометаллургическим методам [1-2].

Наиболее энергоемкими и трудоемкими процессами в технологии производства дисперсных материалов являются операции сокращения крупности кускового материала, поскольку затраты на эти процессы в себестоимости горно-обогатительного передела составляют до 30-50 %. Совокупность процессов обработки руды разнообразными методами для получения гранулометрического и вещественного составов, определяемых требованиями последующих переделов или нормативами на готовую продукцию, называется процессом рудоподготовки. Как правило, на комбинатах по переработке руд цветных и черных металлов, в химическом производстве данный этап предшествует этапу обогащения руд [3-4].

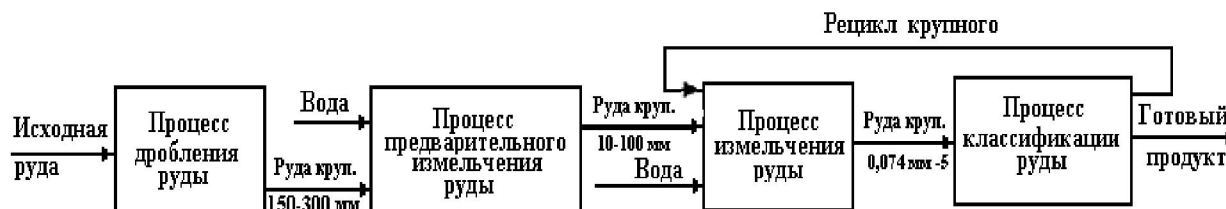


Рисунок 1 – Структура процессов этапа рудоподготовки

Как видно из рисунка 1, этап рудоподготовки состоит из стадий:

1) дробление руды с использованием механических процессов, посредством которых добытая в руднике порода разбивается до размеров, подходящих для дальнейшего измельчения посредством размалывания. Устройства, которые разбивают добытое в руднике сырье, относятся к первичным дробилкам; дробилки щекового и конусного типов среди них являются основными;

2) предварительное измельчение руды, которое представляет собой предварительный этап получения материала необходимой крупности. Обычно производится в водной среде посредством машин, в которых порода измельчается при помощи гальки, образующейся из твердых кусков руды или вмещающей породы;

3) основное измельчение руды, которое представляет собой конечный этап сокращения крупности кускового материала. Как правило, измельчение на этой стадии производится в водной среде посредством машин, в которых порода измельчается при помощи чугунных или стальных шаров. В результате происходит образование пульпы с повышенным содержанием частиц класса крупности – 0,074 мм (порядка 70-80 % от общей массы пульпы);

4) классификация руды, которая необходима для приготовления материала определенной размерности, поступающего на обогащение. При этом в результате процесса выделяется крупная фракция пульпы, которая возвращается на доизмельчение.

Характеристика исходного никельсодержащего сырья. Для выполнения экспериментов была использована окисленная никель-кобальтсодержащая руда, которая представлена ссохшими глинистыми конгломератами серо-зеленого цвета со светлыми вкраплениями. Для исследований руда была измельчена до класса минус 0,2 мм.

После усреднения всей массы руды по методу «конус-кольцо» и последовательного сокращения методом квартования были отобраны пробы для определения вещественного состава руды минералогическим, рентгенодифрактометрическим, спектральным и химическим методами анализа.

Технологическая проба представлена мелкими обломками пород различного состава, среди которых преобладают метаморфически измененные серпентиниты от серо-зеленого до грязно-зеленого цвета, иногда пигментированные гидроксидами железа в бурый цвет. Структура обломков неоднородная – от зернистых до колломорфно-зональных со следами замещения серпентин – хризотилитовых образований нонтронитом/монтмориллонитом (сметитом) с тонкодисперсными (0,005-0,01 мм) зернами магнетита и колломорфно-зональных его образований, густопронизывающих глинистый материал [5-6].

Рентгенодифрактометрический анализ выполнен на дифрактометре ДРОН-2 с Cu -излучением, бета-фильтр. Съемка дифрактограмм производилась в следующих условиях: $U=35 \text{ kV}$; $I=20 \text{ mA}$; шкала – 2000 имп.; постоянная времени – 2 с; съемка – θ/θ -2 θ/θ ; детектор – 2 град/мин. Рентгенофазовый анализ на полуколичественной основе для определения количественного соотношения

кристаллических фаз проводился по дифрактограммам порошковых проб с применением метода равных навесок и искусственных смесей.

Для интерпретации дифрактограмм использовались данные картотеки ASTM Powder diffraction file и дифрактограммы чистых от примесей минералов. Для основных фаз проводился расчет содержаний. Возможные примеси, идентификация которых не может быть однозначной из-за малых содержаний и присутствия только 1-2 дифракционных рефлексов или плохой окристаллизованности, указаны на дифрактограмме (рисунок 2). Идентификация минеральных фаз по данным рентгеноструктурного анализа представлена в таблице 1.

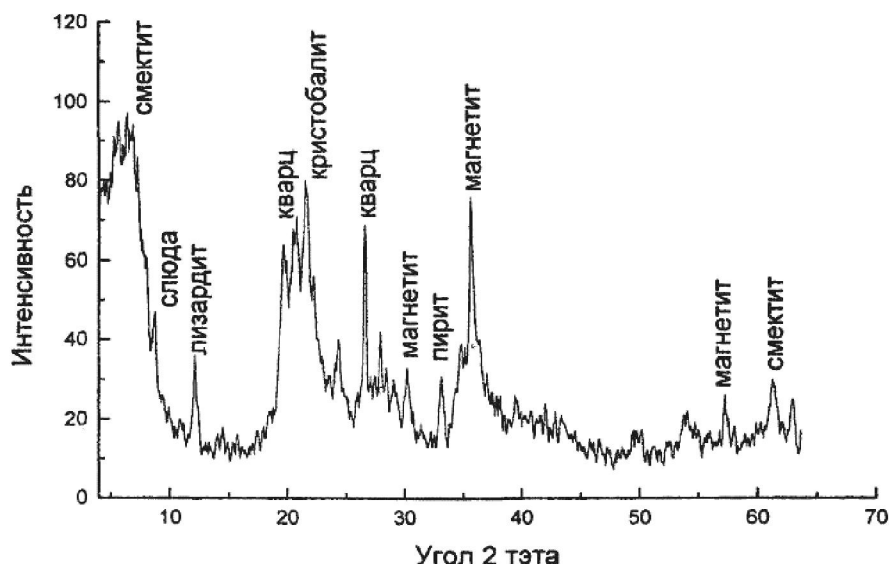


Рисунок 2 – Дифрактограмма окисленной никель-кобальтовой руды

Таблица 1 – Межплоскостные расстояния и идентификация фаз окисленной никель-кобальтовой руды

2 Theta	DA	Intensity Count	Intensity, %	Фаза
6,403	13,79193	98,2	100,0	Сметит
8,764	10,08180	46,9	47,8	Гидрослюда
12,115	7,29930	39,5	40,3	
12,421	7,12036	24,5	25,0	Хлорит
19,651	4,51392	65,9	67,1	Сметит
20,846	4,25784	68,5	69,8	Кварц
21,606	4,10969	80,4	81,9	Кристобалит
22,225	3,99658	57,5	58,6	
24,378	3,64828	41,2	42,0	Серпентит/н
26,615	3,34654	76,8	78,2	Кварц
27,925	3,19248	43,4	44,2	ППП
28,449	3,13481	34,0	34,7	Сфалерит
30,206	2,95633	32,9	33,6	Магнетит
33,155	2,69985	31,5	32,1	Пирит, сфалерит
34,779	2,57740	40,8	41,6	Сметит
35,657	2,51595	79,5	81,0	Магнетит
42,012	2,14889	25,8	26,2	Лизардит
57,192	1,60939	26,6	27,1	Магнетит
58,025	1,58825	19,9	20,2	
61,288	1,51128	30,5	31,1	Сметит
62,974	1,47481	25,3	25,8	Магнетит

По результатам выполненных физико-химических исследований руды был рассчитан минеральный состав технологической пробы, масс. %: смектит 60-62; группа серпентина 8-10; кварц 2-4; кристобалит 10-11; слюда 3-5; полевошпат 1-2; магнетит 12-13; пирит 2-3.

Породообразующие минералы представлены смектитом (ССМ), минералами группы серпентина (антигоритом, лизардитом), кристобалитом (опалом), кварцем, в подчиненном количестве – полевыми шпатами и слюдой.

Рудные минералы в пробе в преобладающем количестве представлены магнетитом, реже гематитом и, возможно, гетитом, сульфидные минералы имеют знаковые значения и представлены пиритом и марказитом. Редко отмечаются единичные знаки самородной меди размером 0,007-0,04 мм.

Смектит и минералы группы серпентина находятся в тесных прорастаниях, образуя природные неразделимые смеси с псевдоморфозами глинистых минералов по серпентину и мелкой густой вкрапленностью магнетита. Кристобалит и кварц присутствуют в виде самостоятельных кристаллов.

Магнетит и гематит присутствуют в зернах крупностью 0,3-1,0 мм, а также гематит замещает по периферии зерен магнетит, образуя с ним структуры краевых каемок. Более крупные выделения оксидов железа, очевидно, образовались в процессе естественного окисления сульфидов железа (пирита, марказита).

Для полноты характеристики вещественного состава и выявления полезных примесей был сделан спектральный полуколичественный анализ пробы на дифракционном спектрографе ДФС – 425, результаты которого приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Спектральный анализ окисленной никель-кобальтовой руды

Элементы	Содержание, %	Элементы	Содержание, %	Элементы	Содержание, %
Cu	0,001	Cr	≥1,0	Fe	–
Pb	0,003	Ni	>1,0	Au	–
As	<0,005	Co	0,05	Mg	>1,0
V	0,003	Mo	0,0003	Si	>>1,0
Sb	<0,005	Zn	0,05	Ca	
Mn	0,2	Ag	0,0005	Ge	–
Ti	0,002	Sn	0,001	Bi	–

Результаты химического анализа исследуемой окисленной никель-кобальтовой руды представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Состав пробы окисленной никель-кобальтовой руды

Наименование	Содержание, %								nnn, %
	Ni	Co	Cu	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	
Ni-Co руда	1,07	0,066	0,24	18,81	47,96	3,22	0,98	1,9	12,97

Анализируя полученные данные, можно сделать однозначный вывод, что присутствующий в пробе никель связан с породообразующими глинистыми минералами, в частности, со смектитом (нонтронитом) и смешанослойными образованиями. Явных никельсодержащих минералов ни минералогическим, ни рентгенофазовым методами анализа не выявлено.

Влияние условий подготовки рудного сырья на гидрометаллургическое извлечение целевых металлов – никеля, кобальта и железа. Для проведения экспериментов исходная проба окисленной никель-кобальтсодержащей руды была раздроблена в молотковой дробилке до класса минус 3 мм. После усреднения методами «конус-кольцо» и квартования получили четыре равноценные части, три из которых были измельчены до класса крупности минус 1 мм, минус 0,63 мм

и минус 0,074 мм. Химический состав проб с различной степенью измельчения при этом остался неизменным. Для каждого класса крупности был проведен ситовой анализ, результаты которого представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Результаты ситового анализа для разных классов крупности

Классы крупности							
3,0 мм		1,0 мм		0,63 мм		0,074 мм	
Фракция, мм	%	Фракция, мм	%	Фракция, мм	%	Фракция, мм	%
-3,0+1,0	32,5	+1	1,01	+0,63	0,41	+0,074	27,6
-1,0+0,63	13,69	-1+0,63	23,84	-0,63 +0,074	70,73	-0,074	72,4
-0,63 +0,074	35,54	-0,63 +0,074	52,73	-0,074	28,86		
-0,074	18,27	-0,074	22,42				
	100		100		100		100

Определение влияния крупности рудного материала на извлечение металлов проводили однократным прямым выщелачиванием окисленной никель-кобальтсодержащей руды, измельченной до соответствующего класса, в закрытом реакторе с термopодогревом и перемешивающим устройством. В реактор объемом 0,5 дм³ заливали необходимый объем растворителя (HCl) и нагревали до заданной температуры. В нагретую кислоту подавали измельченную руду. Загрузку руды проводили при постоянном перемешивании. После загрузки перемешивание останавливали и точно фиксировали объем полученной пульпы. Затем вновь включали перемешивание и вели процесс в течение необходимого времени. Во время выщелачивания постоянно контролировали объем пульпы в реакторе.

Условия проведения экспериментов во всех опытах были постоянными: $t = 65\text{ }^{\circ}\text{C}$, Т:Ж = 1:3, продолжительность – 2 часа. В качестве растворителя использовалась соляная кислота с концентрацией 250 г/дм³. Вращение мешалки в экспериментах составляло 220 об/мин. Температуру процесса фиксировали спиртовым термометром с погрешностью $\pm 1,0\text{ }^{\circ}\text{C}$.

По окончании выщелачивания пульпу без предварительного сгущения фильтровали на нутч-фильтре. Фильтрацию пульпы проводили на воронке диаметром – 13 см через фильтр «красная лента» при вакууме – 0,9 атм.

Твердую фазу – кеки выщелачивания – промывали на фильтре от остатков фильтрата, сушили в сушильном шкафу при температуре 105 °С до постоянной массы и анализировали на содержание контролируемых компонентов: Ni, Co, Fe. По разнице между содержанием в исходной руде и кеках выщелачивания рассчитывали степень извлечения контролируемых компонентов из руды в жидкую фазу. Зависимость степени извлечения контролируемых компонентов в раствор от класса крупности руды представлена в таблице 5 и на рисунках 3–5.

Таблица 5 – Характеристика процесса выщелачивания рудного сырья в зависимости от крупности руды

Класс крупности, мм	Убыль массы, %	Содержание в кеке, %			Извлечение в жидкую фазу, %		
		Ni	Co	Fe	Ni	Co	Fe
-3	40,9	0,133	0,010	9,20	92,66	90,91	58,66
-1	41,7	0,036	0,004	8,28	98,04	96,37	63,29
-0,63	41,9	0,028	0,003	7,59	98,48	97,28	66,47
-0,074	44,8	0,003	0,002	0,14	99,85	98,34	99,42

Растворы выщелачивания и промывные воды также анализировались на содержание контролируемых компонентов.

Состав растворов выщелачивания в зависимости от крупности руды представлен в таблице 6. Состав промывных вод в зависимости от крупности руды представлен в таблице 7.

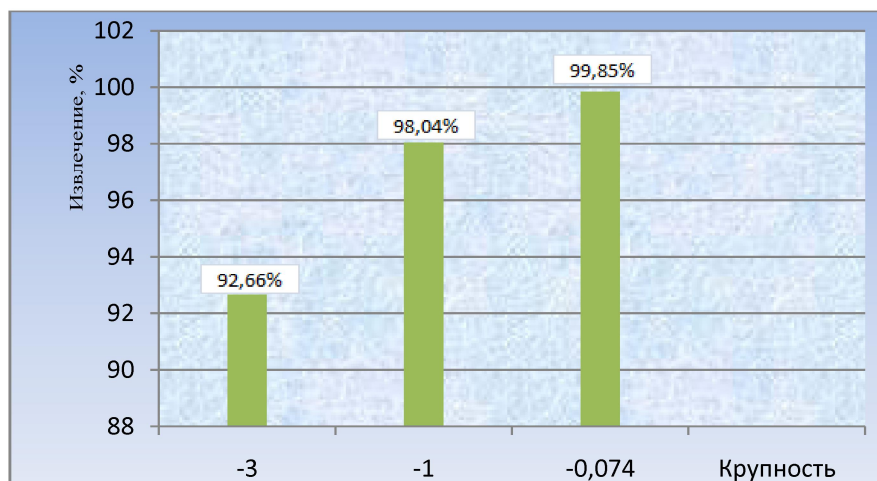


Рисунок 3 – Зависимость извлечения никеля в жидкую фазу от класса крупности руды

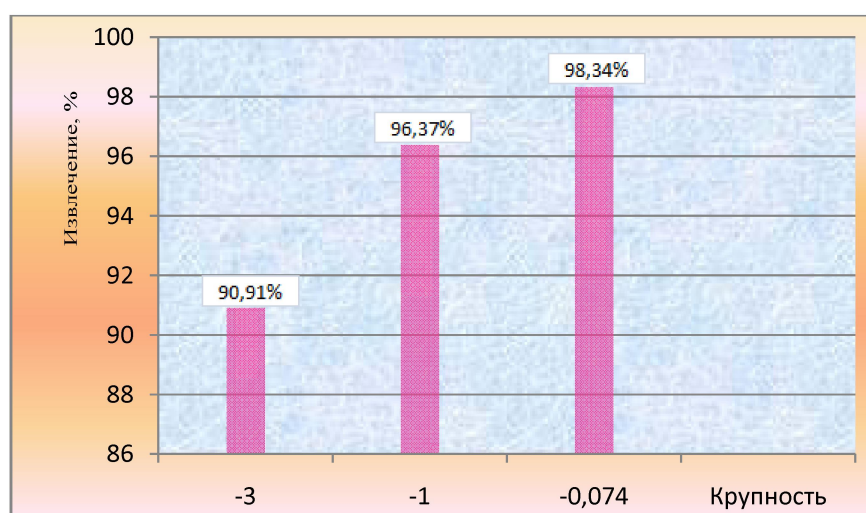


Рисунок 4 – Зависимость извлечения кобальта в жидкую фазу от класса крупности руды

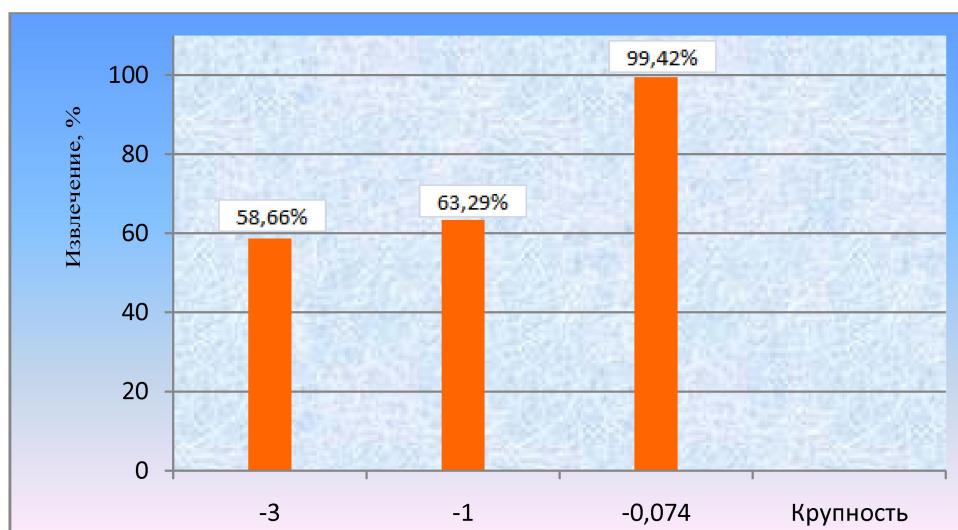


Рисунок 5 – Зависимость извлечения железа в жидкую фазу от класса крупности руды

Таблица 6 – Состав растворов выщелачивания с распределением контролируемых компонентов в зависимости от крупности руды

Температура, °C	V _{ф-та} , дм ³	Содержание, г/дм ³			Распределение, %		
		Ni	Co	Fe	Ni	Co	Fe
-3	0,302	3,131	0,1900	24,414	88,55	86,90	56,07
-1	0,301	3,314	0,2003	26,313	93,24	91,37	60,23
-0,63	0,300	3,329	0,2023	27,628	93,34	91,97	63,03
-0,074	0,288	3,359	0,2042	41,167	90,42	89,09	90,16

Таблица 7 – Состав промывных вод с распределением контролируемых компонентов в зависимости от крупности руды

Температура, °C	V, дм ³	Содержание, г/дм ³			Распределение, %		
		Ni	Co	Fe	Ni	Co	Fe
-3	0,137	0,320	0,0190	2,486	4,11	3,94	2,59
-1	0,150	0,341	0,0220	2,683	4,79	5,0	3,06
-0,63	0,194	0,283	0,0176	2,332	5,13	5,31	3,44
-0,074	0,297	0,339	0,0205	4,100	9,42	9,25	9,26

Лучший результат был получен при измельчении руды до 72 % класса минус 0,074 мм. Степень извлечения в раствор при этом составила Ni – 99,85 %, Co – 98,34 %, Fe – 99,42 %.

При увеличении крупности исходного материала от класса минус 0,074 до класса минус 3,0 мм, степень извлечения в раствор контролируемых компонентов уменьшается. Особенно сильно зависит от степени измельчения руды извлечение в водный раствор железа.

Выводы:

- результаты опытов показали, что степень извлечения Ni, Co, Fe в процессе выщелачивания никель-кобальтовой руды зависит от класса крупности исходного материала;
- на основании проведенных исследований установили, что в процессе выщелачивания для эффективного перехода в раствор никеля, кобальта, железа предпочтительно измельчение никель-кобальтовой руды до класса минус 0,074 мм не менее 72 %;
- экспериментальным путем установлено, что степень измельчения руды до класса минус 0,074 мм позволяет с максимальной эффективностью – Ni – 99,85 %, Co – 98,34 %, Fe – 99,42 % – перевести контролируемые компоненты в раствор.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Ашанов Р.А. Казахстан на мировом минерально-сырьевом рынке. Проблемы и их решение. Никель. Кобальт. – Алматы: Рауан, 2004. – С. 65-68.
- [2] Муканов Д. Металлургия Казахстана: состояние, инновационный потенциал, тренд развития. – Алматы: Ғылым, 2005. – Т. 5. – 290 с.
- [3] Резник Е.Д., Ермаков Г.П., Шнеерсон Я.М. Никель // В 3 т. – М.: ООО Наука и технология, 2001. – Т. 1-3.
- [4] Шегай Г., Едильбаев А., Аубекеров Б., Абуов М. Перспективы разработки силикатных месторождений Казахстана. // Горный журнал Казахстана. – 2004. – № 4. – С. 54-57.
- [5] Калашникова М. Научные основы современной гидрометаллургии никеля и меди. – Германия: LAP LAMBERT Academic Publishing, 2011. – 368 с.
- [6] Шнеерсон Я.М. Современное состояние гидрометаллургической переработки окисленных никель-кобальтовых руд // Цветные металлы. – 2000. – № 8. – С. 127-132.

REFERENCES

- [1] Ashanov R.A. Kazakhstan na mirovom mineralno-syrevom rynke. Problemy i ikh reshenie. Nikel. Kobalt. Almaty: Rauan, 2004. P. 65-68.
- [2] Mukanov D. Metallurgiya Kazakhstana: sostoyanie, innovatsionnyy potentsial, trend razvitiya. Almaty: Gylm, 2005. Vol. 5. 290 p.
- [3] Reznik E.D., Ermakov G.P., Shneerson Y.M. Nikel // 3 vol. M.: OOO Nauka i tekhnologiya, 2001. Vol. 1–3.
- [4] Shegai G., Edilbaev A., Aubekero B., Abuov M. Perspektivy razrabotki silikatnykh mestorozhdeniy Kazakhstana. // Gornyy zhurnal Kazakhstana. –2004. N 4. P. 54-57.
- [5] Kalashnikova M. Nauchnye osnovy sovremennoi gidrometallurgii nikelya i medi. Germaniya: LAP LAMBERT Academic Publishing, 2011. 368 p.
- [6] Shneerson Y.M. Sovremennoe sostoyanie gidrometallurgicheskoi pererabotki okislennykh nikel-kobaltovykh rud // Tsvetnye metally. 2000. N 8. P. 187-192.

**С. Баймаханова, Ә. Ө. Байқоңырова, Г. А. Усольцева,
С. С. Қоңыратбекова, Б. Хавалқайрат**

Қ. И. Сәтбаев атындағы Қазақ ұлттық техникалық зерттеу университеті, Алматы, Қазақстан

ТҰЗҚЫШҚЫЛДЫ ШАЙМАЛАУ КЕЗІНДЕ НИКЕЛЬҚҰРАМДЫ КЕНДІ ШИКІЗАТТЫ ҰНТАҚТАУ ДӘРЕЖЕСІНІҢ МЕТАЛДАРДЫ БӨЛІП АЛУҒА ӘСЕРІ

Аннотация. Мақалада физика-химиялық талдаудың қазіргі уақыттағы әдістерін қолданумен кенді шикізаттың сипаттамасы, никельді шаймалау процесіне шикізатты алдын ала дайындаудың технологиялық ерекшеліктері және берілген шикізатты тұзқышқылында шаймалау үшін кенді ұнтақтаудың оңтайлы дәрежесін таңдау жағдайлары ұсынылған.

Түйін сөздер: тотыққан никельқұрамды кен, кенді дайындау, ірілік класы, шаймалау, еріткіш.